

JP1998158555A

BEST AVAILABLE COPY

1998-6-16

**Bibliographic Fields**

**Document Identity**

(19)【発行国】

日本国特許庁(JP)

(12)【公報種別】

公開特許公報(A)

(11)【公開番号】

特開平10-158555

(43)【公開日】

平成10年(1998)6月16日

(19) [Publication Office]

Japan Patent Office (JP)

(12) [Kind of Document]

Unexamined Patent Publication (A)

(11) [Publication Number of Unexamined Application]

Japan Unexamined Patent Publication Hei 10- 158555

(43) [Publication Date of Unexamined Application]

1998 (1998) June 16\*

**Public Availability**

(43)【公開日】

平成10年(1998)6月16日

(43) [Publication Date of Unexamined Application]

1998 (1998) June 16\*

**Technical**

(54)【発明の名称】

画像記録用着色組成物

(54) [Title of Invention]

**COLORED COMPOSITION FOR IMAGE  
RECORDING**

(51)【国際特許分類第6版】

C09D 11/00

B41M 5/00

C09B 67/20

67/22

67/46

【FI】

C09D 11/00

B41M 5/00 E

C09B 67/20 K

67/22 B

67/46 A

【請求項の数】

3

【出願形態】

FD

【全頁数】

8

(51) [International Patent Classification, 6th Edition]

C09D 11/00

B41M 5/00

C09B 67/20

67/22

67/46

[FI]

C09D 11/00

B41M 5/00 E

C09B 67/20 K

67/22 B

67/46 A

[Number of Claims]

3

[Form of Application]

FD

[Number of Pages in Document]

8

JP1998158555A

1998-6-16

**Filing**

【審査請求】

[Request for Examination]

有

\*

(21)【出願番号】

(21) [Application Number]

特願平9-362281

Japan Patent Application Hei 9- 362281

(22)【出願日】

(22) [Application Date]

平成3年(1991)9月13日

1991 (1991) September 13\*

(62)【分割の表示】

(62) [Divisional Parent]

特願平3-261373の分割

Japan Patent Application Hei 3- 261373\*\*\*

**Parties**

**Applicants**

(71)【出願人】

(71) [Applicant]

【識別番号】

[Identification Number]

000002820

000002820

【氏名又は名称】

[Name]

大日精化工業株式会社

DAINICHISEIKA COLOUR & AMP; CHEMICALS  
MFG. CO. LTD. (DB 69-053-6008)

【住所又は居所】

[Address]

東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号

Tokyo Chuo-ku Nihonbashi Bakaro-cho 1-7-6

**Inventors**

(72)【発明者】

(72) [Inventor]

【氏名】

[Name]

高見 尚徳

Takami Hisanori

【住所又は居所】

[Address]

東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号 大  
日精化工業株式会社内

Tokyo Chuo-ku Nihonbashi Bakaro-cho 1-7-6 Dainichiseika  
Colour & amp; Chemicals Mfg. Co. Ltd. (DB 69-053-6008) \*

(72)【発明者】

(72) [Inventor]

【氏名】

[Name]

一柳 俊弼

Ichianagi Shunichi

【住所又は居所】

[Address]

東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号 大  
日精化工業株式会社内

Tokyo Chuo-ku Nihonbashi Bakaro-cho 1-7-6 Dainichiseika  
Colour & amp; Chemicals Mfg. Co. Ltd. (DB 69-053-6008) \*

**Agents**

(74)【代理人】

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

【弁理士】

[Patent Attorney]

【氏名又は名称】

[Name]

小山 輝晃

Koyama Teruaki

## Abstract

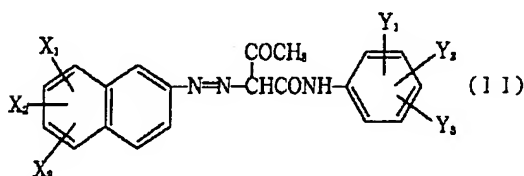
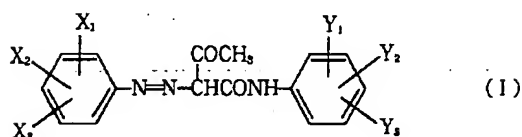
(57)【要約】

## 【目的】

堅牢性を含めた諸性能に優れたインクジェット方式による画像記録用着色組成物を提供すること。

## 【構成】

色素及び樹脂を含む画像記録用着色組成物において、画像記録方式がインクジェット方式であり、色素が、下記の式(I)で表わされるものうちのある特定の構造の黄色モノアゾ顔料と、式(I)で表わされるが、上記のモノアゾ顔料とは異なる置換基を有する黄色モノアゾ顔料及び/又は下記の式(II)で表わされる黄色モノアゾ顔料を顔料合成時に生成させ、混在させた黄色モノアゾ顔料組成物であることを特徴とする画像記録用着色組成物。



## Claims

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

色素及び樹脂を含む画像記録用着色組成物において、画像記録方式がインクジェット方式であり、色素が、下記の式(I)で表わされるものうちのある特定の構造の黄色モノアゾ顔料を99.8~80 モル%と、式(I)で表わされるが、上記のモノアゾ顔料とは異なる置換基を有する黄色モノアゾ顔料及び/又は下記の式(II)で表わされる黄色モノアゾ顔料の0.2~20 モル%を顔料合成時に生成させ、混在させた顔料組成物で、更に必要に応じてロジン類或は公知の処理剤で処理した黄色モノアゾ顔料組成物であることを特

(57) [Abstract]

## 【Objective】

Offer colored composition for image recording with ink jet type which is superior in the performance which include fastness .

## 【Constitution】

image recording system being ink jet type in colored composition for image recording which includes dye and resin , pigment , is displayed with yellow mono azo pigment and Formula ( I ) of a certain specific structure among those which are displayed with thebelow-mentioned Formula ( I ) , but above-mentioned mono azo pigment forming the yellow mono azo pigment which is displayed with yellow mono azo pigment and/or below-mentioned Formula ( II ) which possesses different substituent at time of pigment synthesis , colored composition . for image recording which designates that it is a yellow mono azo pigment composition which exists together as feature

[Claim(s)]

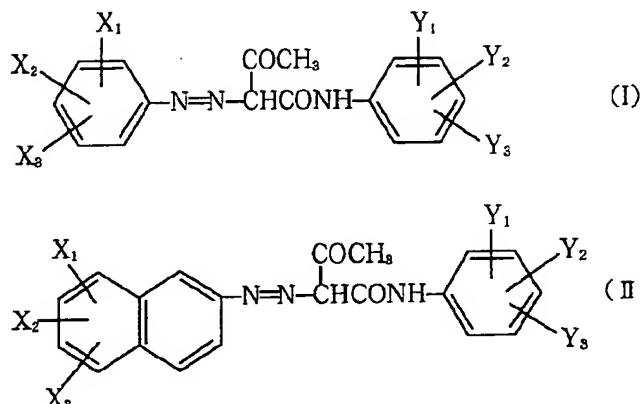
## [Claim 1]

image recording system being ink jet type in colored composition for image recording which includes dye and resin , pigment , is displayed yellow mono azo pigment of a certain specific structure among those which are displayed with below-mentioned Formula ( I ) with 99.8 - 80 mole % and Formula ( I ) , but Above-mentioned mono azo pigment forming 0.2 - 20 mole % of yellow mono azo pigment which is displayed with yellow mono azo pigment and/or below-mentioned Formula ( II ) which possesses the different substituent at time of pigment synthesis , with pigment composition which exists together, furthermore according to

微とする画像記録用着色組成物。

need rosin or colored composition . for image recording which designates that it is a yellow mono azo pigment composition which was treated with treatment agent of public knowledge as feature

【化 1】



(但し、上記式中の  $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$ 、 $Y_1$ 、 $Y_2$  及び  $Y_3$  は、水素原子、炭素数 1~3 のアルキル基、炭素数 1~3 のフルオロアルキル基、炭素数 1~3 のアルコキシル基、ハロゲン原子、ニトロ基、スルホ基又はそのアルカリ土類金属塩又は高級アミン塩、N-フェニルアミノスルホニル基、カルボキシル基又はそのアルカリ土類金属塩又は高級アミン塩、カルボアミド基、N-フェニルカルバモイル基、ウレイレン基、イミノジカルボニル基又はカルボン酸エステル基である。)

(However,  $X_{1-3}$ ,  $X_{2-3}$ ,  $X_{3-3}$ ,  $Y_{1-3}$ ,  $Y_{2-3}$  and  $Y_{3-3}$  in above Formula, alkoxy group, halogen atom, nitro group, sulfo group or alkaline earth metal salt or higher amine salt, N- phenylamino sulfonyl group, carboxyl group or alkaline earth metal salt or higher amine salt, carboamide basis of fluoroalkyl group, carbon number 1~3 of alkyl group, carbon number 1~3 of hydrogen atom, carbon number 1~3, are the N- phenyl carbamoyl group, ureido group, iminodicarbonyl group or carboxylic acid ester group.)

【請求項 2】

黄色モノアゾ顔料の平均粒子径が、 $0.2\mu\text{m}$  以下である請求項 1 に記載の画像記録用着色組成物。

【Claim 2】

average particle diameter of yellow mono azo pigment, colored composition . for image recording which is stated in the Claim 1 which is  $0.2\mu\text{m}$  or less

【請求項 3】

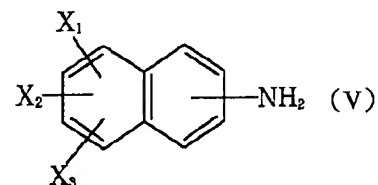
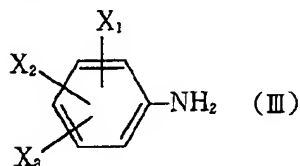
黄色モノアゾ顔料組成物が、下記の式(III)で表わされるもののうちの特定の構造の芳香族アミノ化合物をジアゾ成分としてジアゾ化して、下記の式(IV)で表わされるもののうちの特定の構造のアセトアセトアミド化合物をカップリング成分としてカップリングするに際して、ジアゾ成分及びカップリング成分の合計モル量の 0.1~10 モル%が、下記の式(III)で表わされるが、上記の特定の芳香族アミノ化合物とは異なる置換基を有する芳香族アミノ化合物、下記の一般式(V)で表される芳香族アミノ化合物及び下記の式(IV)で表わされるが、上記の特定のアセトアセトアミド化合物とは異なる置換基を有するアセトア

【Claim 3】

yellow mono azo pigment composition, diazo conversion doing with aromatic amino compound of specific structure among those which are displayed with below-mentioned Formula (III) as the diazo component, when coupling it does with aceto acetamide compound of specific structure among those which are displayed with below-mentioned Formula (IV) as coupling component, 0.1 - 10 mole % of total molar amount of diazo component and coupling component, It is displayed with below-mentioned Formula (III), but the above-mentioned specific aromatic amino compound it is displayed with aromatic amino compound and the below-mentioned Formula (IV) which are displayed with aromatic amino compound, below-mentioned General

セトアミド化合物から選ばれた少なくとも 1 種の化合物に置き換えて使用しており、又、必要に応じて生成した顔料組成物を更にロジン類或は公知の処理剤で処理することによって得られることを特徴とする黄色モノアゾ顔料組成物である請求項 1 に記載の画像記録用着色組成物。

【化 2】



(但し、上記式中の  $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$ 、 $Y_1$ 、 $Y_2$  及び  $Y_3$  は前記定義の通りである。)物。

## Specification

### 【発明の詳細な説明】

#### 【0001】

#### 【産業上の利用分野】

本発明は、電子写真、静電印刷、静電記録、熱転写記録、インクジェット記録等の画像記録における画像記録剤、或はその製造に使用される着色組成物に関する。

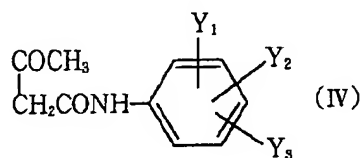
更に詳しくは、本発明は、顔料及び樹脂を含有する画像記録の記録剤において、顔料が優れた各種堅牢性及び透明性、鮮明性等を有し且つ非常に微細な粒子径を有する黄色モノアゾ顔料組成物である画像記録用着色組成物を提供するものである。

#### 【0002】

#### 【従来技術】

Formula (V) which possesses different substituent, but the above-mentioned specific acetoacetamide compound replacing to compound of at least 1 kind which is chosen from acetoacetamide compound which possesses different substituent, we have used, also, according to need pigment composition which is formed furthermore rosin or colored composition for image recording which is stated in Claim 1 which is a yellow mono azo pigment composition which designates that it is acquired by fact that it treats with the treatment agent of public knowledge as feature

[Chemical Formula 2]



(However,  $X_{<sub>1</sub>}$ ,  $X_{<sub>2</sub>}$ ,  $X_{<sub>3</sub>}$ ,  $Y_{<sub>1</sub>}$ ,  $Y_{<sub>2</sub>}$  and  $Y_{<sub>3</sub>}$  in above Formula are as in aforementioned definition.) ones.

### 【Description of the Invention】

#### 【0001】

#### 【Field of Industrial Application】

As for this invention, image recording agent, in electrophotograph, electrostatic printing, electrostatic recording, thermal transfer recording, inkjet recording or other image recording or it regards colored composition which is used for production.

Furthermore as for details, as for this invention, various fastness and the transparency, clarity etc where pigment is superior in recording agent of image recording which contains pigment and resin, possessing and it is something which offers colored composition for image recording which is a yellow mono azo pigment composition which possesses the non-normally microscopic particle diameter.

#### 【0002】

#### 【Prior Art】

従来、フルカラー又はモノカラーの電子写真、静電印刷、静電記録、熱転写記録及びインクジェット記録等の画像記録に使用される黄色や、混色の緑色、黄味の赤色、橙色或いは黒色の記録剤に使用される黄色色素としては、黄色の油性染料、分散性染料、ジスアゾ系黄色アゾ顔料及び通常のモノアゾ系黄色顔料が使用されている。

[0003]

【発明が解決しようとする問題点】

しかしながら、油性染料や分散性染料は、樹脂媒体を着色する場合に溶解的に着色することが出来る為、着色力は高いが、耐光性、耐溶剤性、耐薬品性等の堅牢度に劣るという問題がある。

又、ジスアゾ系黄色アゾ顔料及び通常のモノアゾ系黄色顔料も耐熱性等の堅牢性が不十分であり、不透明性、くすみ等をもたらした。

従って、本発明の目的は、堅牢性を含めた諸性能に優れた画像記録用着色組成物を提供することである。

[0004]

【問題点を解決する為の手段】上記目的は以下の本発明によつて達成される。

即ち、本発明は、色素及び樹脂を含む画像記録用着色組成物において、画像記録方式がインクジェット方式であり、色素が、下記の式(I)で表わされるもののうちのある特定の構造の黄色モノアゾ顔料を99.8-80モル%と、式(I)で表わされるが、上記のモノアゾ顔料とは異なる置換基を有する黄色モノアゾ顔料及び/又は下記の式(II)で表わされる黄色モノアゾ顔料の0.2-20モル%を顔料合成時に生成させ、混在させた顔料組成物で、更に必要に応じてロジン類或は公知の処理剤で処理した黄色モノアゾ顔料組成物であることを特徴とする画像記録用着色組成物である。

【化3】

Until recently, solvent dye, dispersivity dye, disazo yellow azo pigment and conventional mono azo type yellow pigment of yellow have been used as yellow pigment which is used for red color, amber of green color, yellowing of the electrophotograph, electrostatic printing, electrostatic recording, thermal transfer recording of full color or mono collar and yellow and mixed colors which are used for inkjet recording or other image recording or recording agent of black.

[0003]

【Problems to be Solved by the Invention】

But, as for solvent dye and dispersivity dye, when resin media is colored, because it is possible, to color dissolving, dye uptake is high, but there is a problem that is inferior to light resistance, solvent resistance, chemical resistance or other fastness.

also, disazo yellow azo pigment and conventional mono azo type yellow pigment heat resistance or other fastness being insufficient, opacity, dullness of color etc. was brought.

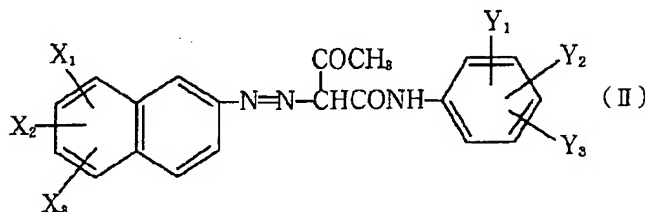
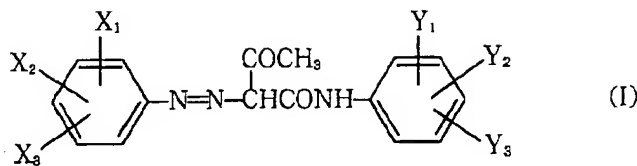
Therefore, objective of this invention is to offer colored composition for image recording which is superior in performance which include fastness.

[0004]

{means in order to solve problem} above-mentioned objective is achieved by this invention below.

Namely, as for this invention, image recording system being ink jet type in colored composition for image recording which includes dye and resin, pigment, is displayed yellow mono azo pigment of a certain specific structure among those which are displayed with the below-mentioned Formula (I) with 99.8 - 80 mole % and Formula (I), but Above-mentioned mono azo pigment forming 0.2 - 20 mole % of yellow mono azo pigment which is displayed with yellow mono azo pigment and/or below-mentioned Formula (II) which possesses the different substituent at time of pigment synthesis, with pigment composition which exists together, furthermore according to need rosin or it is a colored composition for image recording which designates that it is a yellow mono azo pigment composition which was treated with treatment agent of public knowledge as a feature.

[Chemical Formula 3]



(但し、上記式中の  $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$ 、 $Y_1$ 、 $Y_2$  及び  $Y_3$  は、水素原子、炭素数 1~3 のアルキル基、炭素数 1~3 のフルオロアルキル基、炭素数 1~3 のアルコキシ基、ハロゲン原子、ニトロ基、スルホ基又はそのアルカリ土類金属塩又は高級アミン塩、N-フェニルアミノスルホニル基、カルボキシル基又はそのアルカリ土類金属塩又は高級アミン塩、カルボアミド基、N-フェニルカルバモイル基、ウレイレン基、イミノジカルボニル基又はカルボン酸エステル基である。)

【0005】

#### 【作用】

本発明者らは、前記の従来の記録剤の欠陥を解決し、呈色性に優れ、諸堅牢性及び経済性を満足させ得る黄色顔料の開発について種々研究した結果、特定の黄色モノアゾ顔料が特定の製造方法をとることにより、従来の塗料やプラスチック着色等の用途に使用されている顔料に比べ粒子径を小さくし、且つ耐熱性を向上させることにより、色相の鮮明性、冴え、透明性等に優れた性質を発揮することが出来、又、諸物性も満足することが出来、これを画像記録剤の着色剤として使用することにより優れた画像記録剤が得られることを見出し本発明を完成した。

即ち、従来、アゾ顔料を塗料、プラスチック、合成繊維の着色等に使用しようとする場合には、色の隠蔽性や呈色性等を重視する為、アゾ顔料の平均粒子径を大きく調整してその変化率を小さくすることで耐熱性を上げているが、それでは画像記録剤用の着色剤としては色相の鮮明性、透明性及び冴えが欠けてしまう。

(However,  $X_{1<sub>1</sub>}$ ,  $X_{2<sub>2</sub>}$ ,  $X_{3<sub>3</sub>}$ ,  $Y_{1<sub>1</sub>}$ ,  $Y_{2<sub>2</sub>}$  and  $Y_{3<sub>3</sub>}$  in above Formula, alkoxy group, halogen atom, nitro group, sulfo group or alkaline earth metal salt or higher amine salt, N-phenylamino sulfonyl group, carboxyl group or alkaline earth metal salt or higher amine salt, carboamide basis of fluoroalkyl group, carbon number 1~3 of alkyl group, carbon number 1~3 of hydrogen atom, carbon number 1~3, are the N-phenyl carbamoyl group, ureido group, iminodicarbonyl group or carboxylic acid ester group.)

【0005】

#### 【Working Principle】

these inventors solves defect of aforementioned conventional recording agent, is superior in coloring, makes particle diameter small in comparison with pigment which is used for conventional paint and plastic coloration or other application various due to the fact that result and specific yellow mono azo pigment which are researched take the specific manufacturing method, concerning fastness and development of yellow pigment which can satisfy economy, At same time heat resistance fact that image recording agent where clarity, of hue it is clear by improving, it can show property which is superior in transparency etc also also, property be satisfied can, this as colorant of image recording agent by using is superior is acquired was discovered and this invention was completed.

Namely, when until recently, it tries to use azo pigment for the coloration etc of paint, plastic, synthetic fiber, in order to seriously consider hiding property and coloring etc of color, adjusting average particle diameter of azo pigment largely, it increases heat resistance by fact that it makes change ratio small \* it is, but clarity, transparency and skill of hue are lacking then as colorant for image recording agent.

画像記録剤は、フルカラーで使用されたり、オーバーヘッドプロジェクターに使用されたりしているので、色相の鮮明性、冴え、更には透明性を有していることが望まれている。

【0006】

電子写真乾式現像剤等の製造に当たっては、凡そ 100~150 deg C 位の温度で加熱混練することが多く、その様な加熱条件で顔料の粒子が成長したり、結晶が変化したりすることで色調が変わったり、色がくすんだり、色濃度が低下したり、色が不透明になったりすることが多い。

本発明においては、目的のアゾ顔料を合成するに当たり、それと色や物性は類似しているが、構造の異なるアゾ顔料化合物を同時に合成することで、生成した顔料粒子が混晶乃至は微結晶混合物或は局部的な無定形物の混在といった様な状態となって結晶成長抑制の効果をもたらし、その結果、上記で述べた様な加熱条件下での耐熱性を向上させる様になったものと考えられる。

従って、上記のアゾ顔料組成物を用いて得た画像記録剤により、色相の鮮明な、冴え、透明性を損なわない優れた画像が得られた。

【0007】

【好ましい実施態様】次に好ましい実施態様を挙げて本発明を更に詳細に説明する。

本発明で使用し、主として本発明を特徴づける特定の黄色モノアゾ顔料組成物とは、その製造方法が、下記の式(III)で表わされるもののうちの特定の構造の芳香族アミノ化合物をジアソ成分としてジアソ化して、下記の式(IV)で表わされるもののうちの特定の構造のアセトアセトアミド化合物をカップリング成分としてカップリングするに際して、ジアソ成分及びカップリング成分の合計モル量の 0.1~10 モル%が、下記の式(III)で表わされるが、上記の特定の芳香族アミノ化合物とは異なる置換基を有する芳香族アミノ化合物、下記の一般式(V)で表される芳香族アミノ化合物及び下記の式(IV)で表わされるが、上記の特定のアセトアセトアミド化合物とは異なる置換基を有するアセトアセトアミド化合物から選ばれた化合物に置き換えて使用しており、又、必要に応じて生成した顔料組成物を更にロジン類或は公知の処理剤で処理することによって得られる。

image recording agent is used with full color, because you have used for overhead projector, clarity, of hue it is clear, furthermore it is desired that it has possessed transparency.

【0006】

At time of electrophotograph dry type developer or other production, there are many times when heating and mixing it does with temperature of common 100~150 deg C position, particle of pigment grows with kind of heating condition, color changes by fact that crystal changes, color is completed, color concentration decreases, there is many a thing where color becomes opaque.

Regarding to this invention, when it synthesizes azo pigment of objective, that and color and property resemble, but pigment particle which by fact that different azo pigments compound of structure is synthesized simultaneously, is formed as for mixed crystal to becoming state such as existing together of the crystallite blend or local amorphous substance to bring effect of crystal growth suppression, as a result, Of heat resistance under kind of heating condition which is expressed at description above can be thought thing which has become way which improves.

Therefore, image where making use of above-mentioned azo pigment composition it depends on image recording agent which is acquired, vivid, of hue is clear, does not impair transparency and is superior acquired.

【0007】

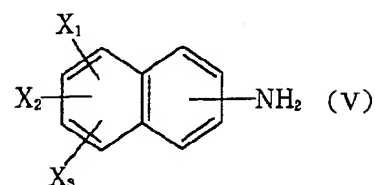
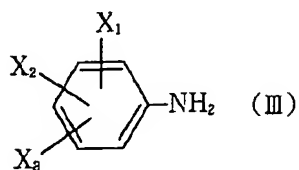
{Desirable embodiment} Listing next desirable embodiment, furthermore you explain this invention in detail.

When you use with this invention, specific yellow mono azo pigment composition which characterizes this invention mainly, manufacturing method, diazo conversion doing with aromatic amino compound of the specific structure among those which are displayed with the below-mentioned Formula (III) as diazo component, coupling you do with aceto acetamide compound of specific structure among those which are displayed with the below-mentioned Formula (IV) as coupling component, 0.1 - 10 mole % of total molar amount of diazo component and coupling component, are displayed with below-mentioned Formula (III), but above-mentioned specific aromatic amino compound it is displayed with aromatic amino compound and below-mentioned Formula (IV) which are displayed with aromatic amino compound, below-mentioned General Formula (V) which possesses different substituent, but Above-mentioned specific aceto acetamide compound replacing to compound which is chosen from aceto acetamide compound which possesses different substituent we have used, the also, according to need furthermore rosin or we are



acquired pigment composition which is formed by fact that it treats with treatment agent of public knowledge .

【化 4】



(但し、上記式中の  $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$ 、 $Y_1$ 、 $Y_2$  及び  $Y_3$  は前記定義の通りである。)

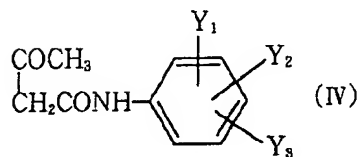
【0008】

上記のシアゾ化反応及びカップリング反応は常法に従って為される。

上述の特定の黄色顔料について更に具体的に述べると、該顔料としては、ジアゾ成分としての構造式(III)のアミノ化合物は、その置換基が下記表1に示され、構造式(IV)のカップリング成分は、その置換基が下記表2に示される夫々の中間体化合物をカップリングさせて得たモノアゾ顔料が挙げられる。

【表 1】

[Chemical Formula 4]



(However,  $X_{<sub>1</sub>}$ ,  $X_{<sub>2</sub>}$ ,  $X_{<sub>3</sub>}$ ,  $Y_{<sub>1</sub>}$ ,  $Y_{<sub>2</sub>}$  and  $Y_{<sub>3</sub>}$  in above Formula are as in aforementioned definition. )

[0008]

Following to conventional method , you can do above-mentioned [shiazo ] conversion reaction and-coupling reaction .

When furthermore you express concretely concerning above-mentioned specific yellow pigment , as for amino compound of structural formula (III ) as diazo component as the said pigment , substituent is shown in below-mentioned Table 1 , as for the coupling component of structural formula (IV ) , coupling doing intermediate compound of respectively where substituent is shown in below-mentioned Table 2 , can list mono azo pigment which it acquires.

[Table 1]

No.	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>
1	2-ニトロ	4-メチル	水素
2	2-メトキシ	4-ニトロ	水素
3	2-ニトロ	4-クロル	水素
4	2-トリフルオロメチル	水素	水素
5	2-ニトロ	4-スルホ	水素
6	2-スルホ	4-メチル	水素
7	2-クロル	3-アミノカルボニル	水素
8	2-メトキシ	4-フェニルアミノスルホニル	5-メトキシ
9	2-カルボキシル	水素	水素
10	イミノジカルボニル (-3,4)	---	水素

[0009]

[0009]

【表 2】

[Table 2]

No.	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>
1	2-メチル	4-メチル	水素
2	2-メトキシ	水素	水素
3	2-メチル	4-クロル	水素
4	2-メトキシ	4-クロル	5-メトキシ
5	2-カルボキシル	水素	水素
6	イミノジカルボニル (-3,4)	---	水素
7	4-ブトキシカルボニル	水素	水素
8	4-アセチルアミド	水素	水素
9	ウレイン (-3,4)	---	水素

## [0010]

それらの代表的なモノアゾ顔料の例としては下記の如きものが挙げられる。

1 2-メキシ-4-ニトロアニリンをジアゾ化してアセトアセト-2-メキシアニライドとカップリングさせて得た黄色アゾ顔料

2 2-ニトロ-4-クロルアニリンをジアゾ化してアセトアセト-2-メチル-4-クロルアニライドとカップリングさせて得た黄色アゾ顔料

3 2-ニトロ-4-クロルアニリンをジアゾ化してアセトアセト-2-クロルアニライドとカップリングさせて得た黄色アゾ顔料

4 4-アミノフタルイミドをジアゾ化してアセトアセト-2,4-ジメチルアニライドとカップリングさせて得た黄色アゾ顔料

5 2-トリフルオロメチルアニリンをジアゾ化してN-(2-オキソ-5-ベンゾイミダゾリル)アセトアセトアミドとカップリングさせて得た黄色アゾ顔料等である。

又、前記した如く上記の顔料のジアゾ成分の一部を置き換えて使用される一般式(V)で表される芳香族アミノ化合物としては、例えば、2-アミノナフタレン-1-スルホン酸等が挙げられる。

## [0011]

本発明に使用される黄色アゾ顔料組成物の製造について、上記1の顔料であるC.I.ピグメントイエロー74を例に挙げて具体的に述べると、ジアゾ成分としては2-メキシ-4-ニトロアニリンのほかの芳香族アミノ化合物を、カップリング成分としてはアセトアセト-2-メキシアニライドのほかのアセトアセトアミド化合物をそれらの一方か双方を混合して使用する。

好ましいアミノ化合物としては、例えば、2-ニトロ-4-メチルアニリン、2-メチル-5-ニトロアニリン、2-ニトロ-4-クロルアニリン、2-アミノ-5-メチルベンゼンスルホン酸、2-アミノ-ナフタレン-1-スルホン酸等が挙げられる。

好ましいアセトアセトアミド化合物としては、例えば、2-カルボキシ-アセトアセトアニライド、4-(アセトアセチルアミノ)フタルイミド、5-(アセトアセチルアミノ)ベンゾイミダゾロン、4-(アセトアセチルアミノ)安息香酸ブチルエステル等が挙げられる。

スルホン酸の場合は更にカップリング反応後にアルカリ土類金属塩やアミン塩等にすることも

## [0010]

As description below you can list thing as example of those representative mono azo pigment .

diazo conversion doing 12 -methoxy -4- nitroaniline , aceto aceto -2- methoxy anilide and coupling doing, yellow azo pigment which it acquires

diazo conversion doing 22 -nitro -4- chloro aniline , aceto aceto -2- methyl -4- chloro anilide and coupling doing, yellow azo pigment which it acquires

diazo conversion doing 32 -nitro -4- chloro aniline , aceto aceto -2- chloro anilide and coupling doing, yellow azo pigment which it acquires

diazo conversion doing 44 -amino phthalimide , aceto aceto -2, 4- dimethyl anilide and coupling doing, yellow azo pigment which it acquires

diazo conversion doing 52 -trifluoromethyl aniline , it is a N-(2 -oxo -5-benzo imidazoliny) aceto acetamide and coupling doing, a yellow azo pigment etc which it acquires.

As though before also, you inscribed, replacing portion of the diazo component of above-mentioned pigment , you can list for example 2- amino naphthalene -1- sulfonic acid etc as the aromatic amino compound which is displayed with General Formula (V ) which is used.

## [0011]

Listing C.I.Pigment Yellow 74 which is a pigment description above 1 concerning the production of yellow azo pigment composition which is used for this invention , to example, when you express concretely, those one side mixing both parties, you use other aceto acetamide compound of aceto aceto -2- methoxy anilide 2 -methoxy -4- nitroaniline with other aromatic amino compound , as the coupling component as diazo component .

As desirable amino compound , you can list for example 2- nitro -4- methylaniline , 2- methyl -5-nitroaniline , 2- nitro -4- chloro aniline , 2- amino -5-methylbenzene sulfonic acid , 2- amino -naphthalene -1- sulfonic acid etc.

As desirable aceto acetamide compound , you can list for example 2- carboxy -aceto aceto anilide , 4- (acetoacetyl amino ) phthalimide , 5- (acetoacetyl amino ) benzimidazolone , 4- (acetoacetyl amino ) butyl benzoate ester etc.

In case of sulfonic acid furthermore it is possible also after coupling reaction to make alkaline earth metal salt and amine

出来る。

ジアゾ成分及びカップリング成分の混合される比率は、該顔料の使用される条件が厳しい条件であるほど多く使用されて効果をもたらすものであるが、顔料としての性能の関係もあり、ジアゾ成分とカップリング成分の合計モル量の 0.1~10 モル%、好ましくは 3~8 モル%である。

#### 【0012】

カップリング反応後に生成物の結晶を整えたり、粒子の形状や粒子径を所望の範囲に整えたりする等の後処理は、必要に応じて通常の方法と同様に行なわれる。

モノアゾ顔料を塗料或いはプラスチック、合成繊維の着色等の用途に使用する場合には一般に耐熱性を上げる為、アゾ顔料の平均粒子径を大きくする、例えば、約 0.4~1.0  $\mu\text{m}$  の大きさにするのが一般的である。

しかし、これを画像記録剤の着色剤として、特に色相の鮮明性及び透明性、冴えが要求されるフルカラー記録剤の着色剤として使用する場合には、分散した時のモノアゾ顔料の平均粒子径は、0.2  $\mu\text{m}$  以下、好ましくは 0.15  $\mu\text{m}$  以下になる様に調整することが好ましい。

以上に示した特定の黄色モノアゾ顔料組成物は、画像記録剤用の着色剤として耐光性、耐熱性、耐薬品性、耐水性等の諸堅牢性に優れた性質を示した。

#### 【0013】

本発明において使用される樹脂は、固体の形の着色組成物にあっては、顔料の分散媒体であり、液体の形の着色組成物にあっては顔料の分散助剤として機能するものであり、又、実際に記録剤として使用されたときは顔料の固着剤として作用するものである。

このような目的で使用される樹脂としては、電子写真、静電印刷、静電記録等の乾式現像剤及び湿式現像剤、熱転写インクリボン及びフィルム、油性及び水性インクジェットインク等の画像記録剤に通常使用されているいずれの樹脂であつてもよい。

又、夫々の用途に合わせて、必要に応じて従来公知の添加剤、例えば、帯電制御剤、流動化剤等、或いは媒体として溶剤、水系媒体が使用される。

salt etc.

ratio where diazo component and coupling component are mixed extent which is a condition where condition where said pigment is used is harsh being mainly used, is something which brings effect, but there is also a something related to performance as pigment, they are 0.1 - 10 mole %, preferably 3~8mole % of total molar amount of diazo component and coupling component.

#### 【0012】

crystal of product is arranged after coupling reaction, geometry of the particle and or other postprocessing which arranges particle diameter in desired range are done in same way as according to need conventional method.

It is general mono azo pigment to enlarge, average particle diameter of azo pigment in order to increase heat resistance to place union carrying which is used for the coloration or other application of paint or plastic, synthetic fiber, to make size of the for example approximately 0.4 - 1.0  $\mu\text{m}$ .

But, when you use, colorant of full color recording agent where transparency, skill is required with this as colorant of image recording agent, as clarity of the especially hue and when dispersing, as for average particle diameter of mono azo pigment, in order to become 0.2  $\mu\text{m}$  or less, preferably 0.15  $\mu\text{m}$  or less, it is desirable to adjust.

Specific yellow mono azo pigment composition which is shown above showed property which is superior in light resistance, heat resistance, chemical resistance, water resistance or other fastness as colorant for image recording agent.

#### 【0013】

Regarding to this invention, resin which is used, there being a colored composition of shape of solid, with dispersion medium of pigment, there being a colored composition of shape of liquid, being something which functions as the dispersing aid of pigment, when also, actually being used as recording agent, is something which operates as fixative of pigment.

It is good any resin which is usually used for electrophotograph, electrostatic printing, electrostatic recording or other dry type developer and wet development agent, thermal transfer ink ribbon and film, oily and water-based inkjet ink or other image recording agent as resin which is used with objective a this way.

Adjusting to application of also, respectively, solvent, aqueous medium is used additive, for example antistatic agent, fluidizing agent etc of according to need prior public knowledge, or as media.

又、本発明の画像記録用着色組成物には高濃度着色組成物も含まれる。

その目的は、顔料を高濃度に含み、予め十分に練肉して分散させたり、調色を行なっておくことにより、後の工程を容易にする為のものであり、粗粒、粗粉、微粉、シート状、小塊状等の固体状、或はペースト状又は液状のいずれの形状にても使用される。

【0014】

本発明で使用する黄色モノアゾ顔料組成物の、樹脂やその他の添加剤或は媒体を含む着色組成物中における含有量は、その使用する目的によって異なる。

黄色モノアゾ顔料組成物を高濃度に含有する固体状、ペースト状或いは液状の着色組成物では、その含有量はおよそ 15 重量%~60 重量%、好ましくは 20 重量%~50 重量%程度であり、電子写真現像剤等の着色剤として使用される場合には、およそ 1 重量%~10 重量%、好ましくは 2 重量%~8 重量%程度であり、熱転写インクリボン、フィルムの着色剤として使用される場合には、2 重量%~20 重量%、好ましくは 4 重量%~15 重量%程度であり、使用する目的に応じて最も好ましい含有量で使用される。

【0015】

#### 【実施例】

次に実施例を挙げて本発明を更に具体的に説明する。

尚、文中部又は%とあるのは重量基準である。

#### 実施例 1

2-メキシ-4-ニトロ-アニリン 182.7 部と 2-ニトロ-4-メチルアニリン 5.1 部とを、水 1,300 部及び 35%塩酸 290 部の混合物中に加えて攪拌し、それから 0 deg C に冷却し、亜硝酸ソーダ 80 部を加えてジアゾ化する。

別に 2-メキシアセトアセトアニライド 241.8 部を水 5,000 部に加え、水酸化ナトリウム 48 部と共に溶かし、次いで酢酸 196 部と水 196 部との混合液を添加することによって析出させてカップリング成分の懸濁液を得る。

澄明になったジアゾ溶液をよく攪拌しながら、15 deg C において 1 時間 30 分~2 時間以内に上記のカップリング成分の酢酸酸性懸濁液に流下し添加する。

カップリングが終わった後に、ロジン 45 部を加え

Also deep coloring composition is included in colored composition for image recording of also, this invention .

With those in order to make step after easy by including the pigment in high concentration , kneading meat doing beforehand in satisfactory , making objective disperse, does tone , it is used any geometry of the coarse grain , coarse powdering , fine powder , sheet , small lump or other solid state , or paste or liquid .

【0014】

As for content in in colored composition which includes, resin and theother additive or media of yellow mono azo pigment composition which is used with this invention ,that with objective which is used different .

With colored composition of solid state , paste or liquid which contains yellow mono azo pigment composition in high concentration , asfor content when with approximately 15 weight %~60weight % , preferably 20weight %~50weight %extent , when it is used,as electrophotograph developer or other colorant with approximately 1 weight %~10weight % , preferably 2 wt% ~8weight %extent , it is used, as colorant of thermal transfer ink ribbon , film it is used with most desirable content according to the objective which with 2 wt% ~20weight % , preferably 4weight %~15weight %extent , is used.

【0015】

#### [Working Example(s)]

Listing Working Example next, furthermore you explain this invention concretely.

Furthermore part in text or % with certain is weight basis .

#### Working Example 1

It agitates 2 -methoxy -4- nitro -aniline 182.7 part and 2 -nitro -4- methylaniline 5.1 part , in addition to in blend of thewater 1,300 section and 35% hydrochloric acid 290 section, then it cools, diazo conversion itdoes in 0 deg C including sodium nitrite 80 parts .

Separately with sodium hydroxide 48 section it melts 2 -methoxy aceto aceto anilide 241.8 part in addition to inwater 5,000 section, precipitating by fact that next mixed solution of acetic acid 196 section and water 196 section is added, it obtains suspension of coupling component .

While agitating diazo solution which becomes being clear discernment well,equivalent of 1 hour 30 - within 2 hours it flows down in acetic acid-acidified suspension ofabove-mentioned coupling component in 15 deg C and adds.

After coupling ends, it administered pigment treatment

顔料処理を施し、得られた顔料組成物を濾過、水洗、乾燥、粉碎し、463 部の黄色アゾ顔料組成物を得た。

得られた顔料組成物を加熱混練して分散させたときの平均粒子径は、およそ  $0.15 \mu\text{m}$  以下であり、色相は鮮明な黄色を示した。

#### 【0016】

上記で得た黄色モノアゾ顔料組成物 30 部を、スチレン-メタクリル系共重合樹脂(軟化点約  $110 \text{ deg C}$ 、ガラス転移点約  $56 \text{ deg C}$ 、GPC 法重量平均分子量約 9 万)70 部と三本ロールにて充分混練し、顔料を分散させた。

冷却後粗砕して、黄色顔料を 30%の濃度で含有する高濃度着色組成物の粗粉を得た。

次に、この様にして得た黄色顔料を含む高濃度着色組成物 14.7 部及びクロム錯塩系負帯電制御剤 3 部を上記で使用したスチレン-メタクリル系共重合樹脂 82.3 部と常法に従って混練し、冷却後粗砕して後、ジェットミルで微粉碎し、更に分級して  $5\sim 30 \mu\text{m}$  の黄色樹脂組成物の微粉末を得た。

次に、常法に従い流動化剤としてコロイダルシリカを添加し、充分混合し、黄色電子写真乾式現像剤とした。

これをキャリアの磁性鉄粉と混合し、負電荷フルカラー現像用電子写真複写機にて単色の複写をした結果、鮮明な黄色画像が得られた。

画像は鮮明で冴えた黄色を呈し、耐光性等の諸物性に優れた堅牢性を示した。

#### 【0017】

又、オーバーヘッドプロジェクター用のポリエステルシートに複写すると透明な画像を呈し、オーバーヘッドプロジェクタースクリーンに鮮明な黄色の映像を示した。

又、シアン顔料として銅フタロシアニンブルー顔料、マゼンタ顔料としてジメチルキナクリドン顔料、ブラック顔料としてカーボンブラック顔料を用いて上記と同様にして各々シアン色現像剤、

including the rosin 45 section, it filtered pigment composition which is acquired, water wash, drying and powder fragment did, acquired yellow azo pigment composition of 463 sections.

heating and mixing doing pigment composition which it acquires, when dispersing, as for average particle diameter, with approximately  $0.15 \mu\text{m}$  or less, as for hue it showed vivid yellow.

#### 【0016】

styrene-methacrylic copolymer resin (softening point approximately  $110 \text{ deg C}$ , glass transition temperature approximately  $56 \text{ deg C}$ , GPC method weight average molecular weight approximately 90,000) satisfactory kneading yellow mono azo pigment composition 30 section which is acquired at description above, with 70 sections and triple roll, it dispersed the pigment.

After cooling coarse fragmentation doing, it acquired coarse powdering of deep coloring composition which contains yellow pigment with 30% concentration.

Next, following to styrene-methacrylic copolymer resin 82.3 part and conventional method which use deep coloring composition 14.7 part and the chromium complex salt negative charging regulator 3 part which include yellow pigment which it acquires this way at description above, kneading, after cooling coarse fragmentation doing, after, the fine pulverization it did with jet mill, furthermore classification did and acquired fine powder of yellow resin composition of  $5\sim 30 \mu\text{m}$ .

Next, it added colloidal silica as fluidizing agent in accordance with conventional method, satisfactory mixed, made yellow electrophotograph dry type developer.

This was mixed with magnetism iron decimeter of carrier, result and vivid yellow image which do copy of monochromatic with electrophotographic copier for negative charge full color developing acquired.

image displayed yellow which is clear with vivid, showed fastness which is superior in light resistance or other property.

#### 【0017】

When copy it does in polyester sheet for also, overhead projector, transparent image was displayed, image of vivid yellow was shown in overhead projector screen.

As also, cyan pigment as copper phthalocyanine blue pigment, magenta pigment as dimethyl quinacridone pigment, black pigment making use of carbon black pigment it made each cyan developer, magenta developer, black

マゼンタ色現像剤、ブラック色現像剤とし、上記で得たイエロー色現像剤と共に四色フルカラー複写を行ない、鮮明なフルカラー画像を得た。

又、オーバーヘッドプロジェクターシートに複写し、スクリーンに鮮明なフルカラー映像を映すフルカラー画像を得た。

#### 【0018】

##### 実施例 2

実施例 1 で述べた方法に従って、2-ニトロ-4-クロルアニリン 86.3 部をジアゾ化して、2-クロルアセトアセトアニライド 110 部と 2,4-ジメチル-アセトアセトアニライド 5.6 部とをカップリング成分としてカップリングさせ、濾過、水洗、乾燥、粉碎し、197.0 部の顔料組成物を得た。

得られた顔料組成物を加熱混練して分散させたときの平均粒子径は、およそ  $0.15\mu\text{m}$  以下であり、色相は鮮明で冴えた黄色を示した。

得られたモノアゾ顔料組成物を、実施例 1 で述べた方法に従って高濃度着色組成物を作り、更にそれを使用して電子写真用乾式現像剤を作成した。

これをキャリアーと混合し、フルカラー電子写真複写機にて単色及びフルカラーの複写をした結果、鮮明な画像が得られた。

画像は鮮明で冴えた黄色及び四色フルカラー画像を示し、諸物性に優れた堅牢性を示した。

#### 【0019】

##### 実施例 3

実施例 1 で述べた方法に従って、2-メトキシ-4-ニトロアニリン 140.5 部と 2-アミノ-5-メチルベンゼンスルホン酸 4.8 部とをジアゾ化して、2-メトキシアセトアセトアニライド 183.3 部と 2-カルボキシアセトアセトアニライド 6.1 部とをカップリング成分としてカップリングさせ、濾過、水洗、乾燥、粉碎し、332 部の顔料組成物を得た。

得られた顔料組成物を、加熱混練して分散させたときの平均粒子径は、およそ  $0.15\mu\text{m}$  以下であり、色相は鮮明な黄色を示した。

得られたモノアゾ顔料組成物を実施例 1 で述べた方法に従って使用して高濃度着色組成物を作り、更にそれを使用して電子写真用乾式現像

developer to similar to description above, with yellow developer which is acquired at description above it did four-color full color copy, acquired vivid full color image.

copy it did in also, overhead projector sheet, it acquired full color image which projects vivid full color image to screen.

#### 【0018】

##### Working Example 2

Following to method which is expressed with Working Example 1, diazo conversion doing 2-nitro-4-chloro aniline 86.3 part, coupling doing 2-chloro aceto aceto anilide 110 section and 2 and 4-dimethyl-aceto aceto anilide 5.6 part as coupling component, filtration, water wash, drying and powder fragment it did, acquired the pigment composition of 197.0 part.

heating and mixing doing pigment composition which it acquires, when dispersing, as for average particle diameter, with approximately  $0.15\mu\text{m}$  or less, as for hue it showed yellow which is clear with vivid.

Following to method which expresses mono azo pigment composition which it acquires, with Working Example 1 it made deep coloring composition, furthermore used that and drew up dry type developer for electrophotograph.

This was mixed with carrier, result and vivid image which do copy of monochromatic and full color with full color electrophotographic copier acquired.

image showed yellow and four-color full color image which are clear with the vivid, showed fastness which is superior in property.

#### 【0019】

##### Working Example 3

Following to method which is expressed with Working Example 1, diazo conversion doing 2-methoxy-4-nitroaniline 140.5 part and 2-amino-5-methylbenzene sulfonic acid 4.8 part, coupling doing 2-methoxy aceto aceto anilide 183.3 part and 2-carboxy aceto aceto anilide 6.1 part as coupling component, filtration, water wash, drying and powder fragment it did, acquired the pigment composition of 332 sections.

heating and mixing doing pigment composition which it acquires, when dispersing, as for average particle diameter, with approximately  $0.15\mu\text{m}$  or less, as for hue it showed vivid yellow.

Following to method which expresses mono azo pigment composition which it acquires with Working Example 1 using, it made deep coloring composition, furthermore used that

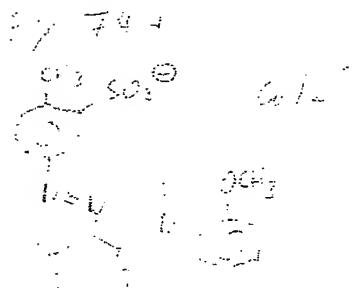
剤を作成した。

これをキャリアーと混合し、フルカラー電子写真複写機にて単色及びフルカラーの複写をした結果、鮮明な画像が得られた。

画像は鮮明で冴えた黄色及び四色フルカラー画像を示し、諸物性に優れた堅牢性を示した。

#### 【0020】

##### 実施例 4



ン-4-  
ルホ  
トア  
して  
ム13  
燥、

せた  
であ

テル  
スチ  
カ 3  
レン  
クフ

これをフルカラー熱転写複写機にて複写し、鮮明な黄色複写画像を得た。

この画像は、耐光性等の諸物性に優れた堅牢性を示した。

又、オーバーヘッドプロジェクター用のポリエステルシートに複写すると、透明な画像が得られ、スクリーンに鮮明な画像を示した。

又、銅フタロシアニンブルー顔料、ジメチルキナクリドン顔料、カーボンブラック顔料を用いて上記と同様にして、各々、シアン色、マゼンタ色及びブラック色の熱転写インクフィルムとし、上記で得たイエロー熱転写インクフィルムと共に、四色フルカラー複写を行い、鮮明なフルカラー複写画像を得た。

更に、オーバーヘッドプロジェクター用のポリエステルシートに複写し、スクリーンに透明なフルカラー映像を映すフルカラー画像を得た。

#### 【0021】

andrew up dry type developer for electrophotograph .

This was mixed with carrier , result and vivid image which do copy of monochromatic and full color with full color electrophotographic copier acquired.

image showed yellow and four-color full color image which are clear with the vivid , showed fastness which is superior in property .

#### 【0020】

##### Working Example 4

Following to method which is expressed with Working Example 1, 2-methoxy -4- nitro -aniline 154.5 part and diazo conversion doing p- toluidine -m-sulfonic acid 15.0 part , coupling it did 2-methoxy aceto aceto anilide 217.0 part as coupling component , it administered pigment treatment making use of rosin 38 section and the calcium chloride 13 section, filtration, water wash , drying and powder fragment did, acquired yellow pigment composition of 424 sections.

heating and mixing doing pigment composition which it acquires, when dispersing, as for average particle diameter , with approximately 0.15;mu m or less , as for hue it showed vivid yellow .

yellow pigment composition 10 part which is acquired at description above, application it did in polyethylene film in accordance with conventional method ester wax 41 section and paraffin type wax 41 section, with styrene -methacrylic copolymer resin 5 part and silica 3 part as binder , made ink film for yellow thermal transfer recording .

copy it did this with full color thermal transfer copier , acquired vivid yellow copy image .

this image showed fastness which is superior in light resistance or other property .

When copy it does in polyester sheet for also, overhead projector , transparent image was acquired, showed vivid image in screen .

Each, it made thermal transfer ink film of cyan , magenta and black to similar to description above making use of also, copper phthalocyanine blue pigment , dimethyl quinacridone pigment , carbon black pigment , with yellow thermal transfer ink film which is acquired at description above, it did four-color full color copy , acquired vivid full color copy image .

Furthermore, copy it did in polyester sheet for overhead projector , it acquired full color image which projects transparent full color image to screen .

#### 【0021】



## 実施例 5

実施例 1 で述べた方法に従って、2-メキシ-4-ニトロ-アニリン 55.0 部と p-トルイジン-m-スルホン酸 3.2 部とをジアゾ化して、2-メキシアセトアセトアニライド 74.4 部をカップリング成分とカップリングさせ、濾過、水洗、乾燥、粉碎し、133.0 部の黄色顔料組成物を得た。

得られた顔料組成物を加熱混練して分散させたときの平均粒子径は、およそ  $0.15 \mu\text{m}$  以下であり、色相は鮮明な黄色を示した。

上記で得た黄色顔料組成物 5 部、スチレン-アクリレート-メタクリル酸ジエタノールアミン塩共重合体 3 部、エチレングリコール 22 部、グリセリン 8 部及び水 62 部の水性顔料分散液を作り、超遠心分離機で分散し得なかった顔料粗粒子を除去し、インクジェット用水性黄色インキを得た。

ピエゾ振動子を有するオンデマンド型のインクジェットプリンターで、上記の黄色インキを用いて画像情報をプリントし、鮮明な黄色画像を得た。

又、銅フタロシアニンブルー顔料、ジメチルキナクリドン顔料及びカーボンブラック顔料を用いて、上記と同様にして、各々、シアン色、マゼンタ色及びブラック色のインクジェットインキとし、上記で得たイエロー色インクジェットインキと共に、四色フルカラープリントを行い、鮮明なフルカラー画像を得た。

[0022]

## 比較例

2-メキシ-4-ニトロ-アニリン 168.0 部をジアゾ化して、2-メキシアセトアセトアニライド 216.0 部をカップリング成分としてカップリングさせ、濾過、水洗、乾燥、粉碎し、385 部の顔料を得た。

得られた顔料を加熱混練して分散させたときの平均粒子径はおよそ  $0.4 \sim 1.0 \mu\text{m}$  を示し、粒子は粗大であり、色相は不鮮明で不透明な黄色となった。

得られたアゾ顔料を実施例 1 で述べた方法に従って高濃度着色組成物を作り、更にそれを使用して電子写真用乾式現像剤を作成した。

これをキャリアーと混合し、フルカラー電子写真複写機にて単色の複写をした結果、鮮明度の

## Working Example 5

Following to method which is expressed with Working Example 1, 2-methoxy-4-nitro-aniline 55.0 part and diazo conversion doing p-toluidine-m-sulfonic acid 3.2 part, coupling component and coupling doing 2-methoxy aceto anilide 74.4 part, filtration, water wash, drying and powder fragment it did, acquired yellow pigment composition of 133.0 part.

heating and mixing doing pigment composition which it acquires, when dispersing, as for average particle diameter, with approximately  $0.15 \mu\text{m}$  or less, as for hue it showed vivid yellow.

yellow pigment composition 5 part, styrene-acrylate-methacrylic acid diethanolamine salt copolymer 3 part, ethyleneglycol 22 section which is acquired at description above, aqueous pigment dispersion of glycerine 8 part and water 62 section was made, pigment coarse particle which it cannot disperse with ultracentrifuge was removed, aqueous yellow ink for inkjet was acquired.

With ink jet printer of on-demand type which possesses piezo oscillator, image information was printed making use of above-mentioned yellow ink, vivid yellow image was acquired.

Making use of also, copper phthalocyanine blue pigment, dimethyl quinacridone pigment and carbon black pigment, to similar to description above, each, it made inkjet ink of cyan, magenta and black, with the yellow inkjet ink which is acquired at description above, it did four-color full color printing, acquired vivid full color image.

[0022]

## Comparative Example

diazo conversion doing 2-methoxy-4-nitro-aniline 168.0 part, coupling doing 2-[metokishiasetoaniraido] with 216.0 part as coupling component, filtration, water wash, drying and powder fragment it did, acquired the pigment of 385 sections.

heating and mixing doing pigment which it acquires, when dispersing, the average particle diameter showed approximately  $0.4 \sim 1.0 \mu\text{m}$ , as for particle with coarse, as for hue became opaque yellow with indistinct.

Following to method which expresses azo pigment which it acquires with Working Example 1 it made deep coloring composition, furthermore used that and drew up dry type developer for electrophotograph.

It could mix this with carrier, only opaque yellow image where result and the vividness which do copy of

劣る不透明な黄色画像しか得られなかった。

【0023】

【効果】

本発明の画像記録用着色組成物は、その色素成分として特定の黄色モノアゾ顔料組成物を使用しているものであるが、この黄色モノアゾ顔料組成物が、高い着色力、鮮明性、冴え、透明性を有するものであり、耐光性、耐熱性、耐薬品性、耐水性等の諸堅牢性に優れている為、着色物の製造の工程においても安定に製造することが出来、又、画像記録用着色組成物として使用される際にも鮮明で冴えた、透明感の高い画像を安定して記録することが出来る。

又、液体記録剤として使用するに際にも、長期間安定に記録することが出来るものである。

monochromatic with full color electrophotographic copier are inferior it could acquire.

[0023]

[Effect(s)]

colored composition for image recording of this invention is something which uses the specific yellow mono azo pigment composition as pigment component, but this yellow mono azo pigment composition, being something which possesses high dye uptake, clarity, skill and transparency, because it is superior in the light resistance, heat resistance, chemical resistance, water resistance or other fastness, to produce in stability regarding step of production of colored matter, it to be possible Even occasion where it is used as colored composition for also, image recording it was clear with vivid, stabilizing image where transparent sense is high, it is possible to record.

It is something which, can use record to long term stability even occasion as also, liquid recording agent.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-158555

(43) 公開日 平成10年(1998)6月16日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 9 D 11/00

B 4 1 M 5/00

C 0 9 B 67/20

67/22

67/46

C 0 9 D 11/00

B 4 1 M 5/00

C 0 9 B 67/20

67/22

67/46

E

K

B

A

審査請求 有 請求項の数 3 F D (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平9-362281  
 (62) 分割の表示 特願平3-261373の分割  
 (22) 出願日 平成3年(1991)9月13日

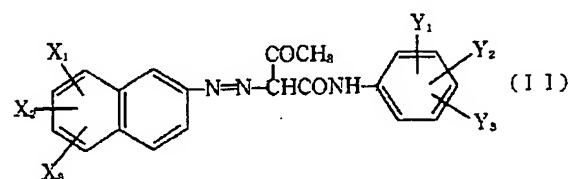
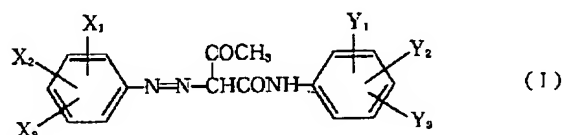
(71) 出願人 000002820  
 大日精化工業株式会社  
 東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号  
 (72) 発明者 高見 尚徳  
 東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号  
 大日精化工業株式会社内  
 (72) 発明者 一柳 俊式  
 東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号  
 大日精化工業株式会社内  
 (74) 代理人 弁理士 小山 輝晃

(54) 【発明の名称】 画像記録用着色組成物

(57) 【要約】

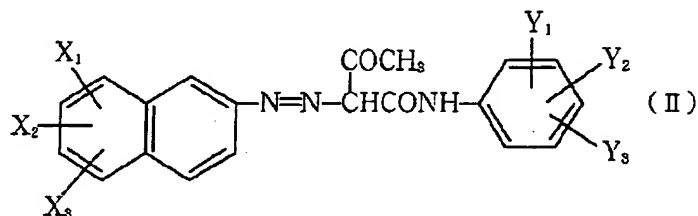
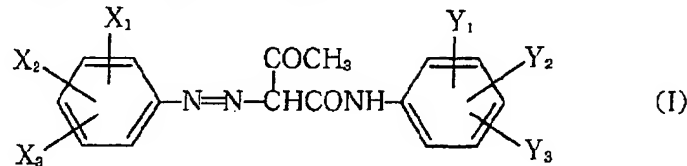
【目的】 堅牢性を含めた諸性能に優れたインクジェット方式による画像記録用着色組成物を提供すること。

【構成】 色素及び樹脂を含む画像記録用着色組成物において、画像記録方式がインクジェット方式であり、色素が、下記の式(Ⅰ)で表わされるもののうちのある特定の構造の黄色モノアゾ顔料と、式(Ⅰ)で表わされるが、上記のモノアゾ顔料とは異なる置換基を有する黄色モノアゾ顔料及び、又は下記の式(ⅠⅠ)で表わされる黄色モノアゾ顔料を顔料合成時に生成させ、混在させた黄色モノアゾ顔料組成物であることを特徴とする画像記録用着色組成物。



## 【特許請求の範囲】

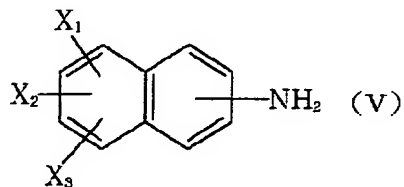
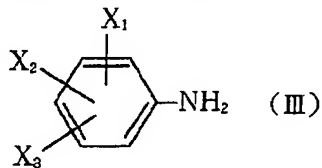
【請求項1】 色素及び樹脂を含む画像記録用着色組成物において、画像記録方式がインクジェット方式であり、色素が、下記の式(Ⅰ)で表わされるもののうちのある特定の構造の黄色モノアゾ顔料を99.8～80モル%と、式(Ⅰ)で表わされるが、上記のモノアゾ顔料とは異なる置換基を有する黄色モノアゾ顔料及び/又は



(但し、上記式中の $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$ 、 $Y_1$ 、 $Y_2$ 及び $Y_3$ は、水素原子、炭素数1～3のアルキル基、炭素数1～3のフルオロアルキル基、炭素数1～3のアルコキシ基、ハロゲン原子、ニトロ基、スルホ基又はそのアルカリ土類金属塩又は高級アミン塩、N-フェニルアミノスルホニル基、カルボキシ基又はそのアルカリ土類金属塩又は高級アミン塩、カルボアミド基、N-フェニルカルバモイル基、ウレイレニ基、イミノジカルボニル基又はカルボン酸エステル基である。)

【請求項2】 黄色モノアゾ顔料の平均粒子径が、0.2 $\mu$ m以下である請求項1に記載の画像記録用着色組成物。

【請求項3】 黄色モノアゾ顔料組成物が、下記の式(Ⅲ)で表わされるもののうちのある特定の構造の芳香族アミノ化合物をジアゾ成分としてジアゾ化して、下記の式



(但し、上記式中の $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$ 、 $Y_1$ 、 $Y_2$ 及び $Y_3$ は前記定義の通りである。)物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

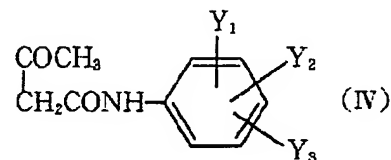
【産業上の利用分野】本発明は、電子写真、静電印刷、

下記の式(Ⅱ)で表わされる黄色モノアゾ顔料の0.2～20モル%を顔料合成時に生成させ、混在させた顔料組成物で、更に必要に応じてロジン類或は公知の処理剤で処理した黄色モノアゾ顔料組成物であることを特徴とする画像記録用着色組成物。

【化1】

(Ⅳ)で表わされるもののうちのある特定の構造のアセトアセトアミド化合物をカップリング成分としてカップリングするに際して、ジアゾ成分及びカップリング成分の合計モル量の0.1～10モル%が、下記の式(Ⅲ)で表わされるが、上記の特定の芳香族アミノ化合物とは異なる置換基を有する芳香族アミノ化合物、下記の一般式(Ⅴ)で表される芳香族アミノ化合物及び下記の式(Ⅳ)で表わされるが、上記の特定のアセトアセトアミド化合物とは異なる置換基を有するアセトアセトアミド化合物から選ばれた少なくとも1種の化合物に置き換えて使用しており、又、必要に応じて生成した顔料組成物を更にロジン類或は公知の処理剤で処理することによって得られることを特徴とする黄色モノアゾ顔料組成物である請求項1に記載の画像記録用着色組成物。

【化2】



静電記録、熱転写記録、インクジェット記録等の画像記録における画像記録剤、或はその製造に使用される着色組成物に関する。更に詳しくは、本発明は、顔料及び樹脂を含有する画像記録の記録剤において、顔料が優れた各種堅牢性及び透明性、鮮明性等を有し且つ非常に微細

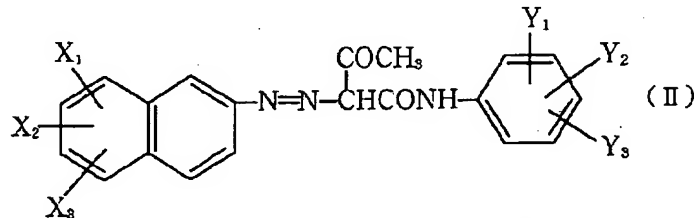
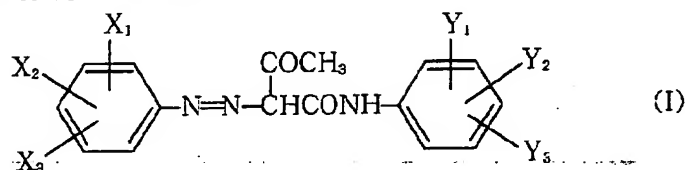
な粒子径を有する黄色モノアゾ顔料組成物である画像記録用着色組成物を提供するものである。

#### 【0002】

【従来技術】従来、フルカラー又はモノカラーの電子写真、静電印刷、静電記録、熱転写記録及びインクジェット記録等の画像記録に使用される黄色や、混色の緑色、黄味の赤色、橙色或いは黒色の記録剤に使用される黄色色素としては、黄色の油性染料、分散性染料、ジスアゾ系黄色アゾ顔料及び通常モノアゾ系黄色顔料が使用されてきている。

#### 【0003】

【発明が解決しようとする問題点】しかしながら、油性染料や分散性染料は、樹脂媒体を着色する場合に溶解的に着色することが出来る為、着色力は高いが、耐光性、耐溶剤性、耐薬品性等の堅牢度に劣るという問題がある。又、ジスアゾ系黄色アゾ顔料及び通常モノアゾ系黄色顔料も耐熱性等の堅牢性が不十分であり、不透明性、くすみ等をもたらした。従って、本発明の目的は、



(但し、上記式中の $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$ 、 $Y_1$ 、 $Y_2$ 及び $Y_3$ は、水素原子、炭素数1～3のアルキル基、炭素数1～3のフルオロアルキル基、炭素数1～3のアルコキシル基、ハロゲン原子、ニトロ基、スルホ基又はそのアルカリ土類金属塩又は高級アミン塩、N-フェニルアミノスルホニル基、カルボキシル基又はそのアルカリ土類金属塩又は高級アミン塩、カルボアミド基、N-フェニルカルバモイル基、ウレイレン基、イミノジカルボニル基又はカルボン酸エステル基である。)

#### 【0005】

【作用】本発明者らは、前記の従来の記録剤の欠陥を解決し、呈色性に優れ、諸堅牢性及び経済性を満足させ得る黄色顔料の開発について種々研究した結果、特定の黄色モノアゾ顔料が特定の製造方法をとることにより、従来の塗料やプラスチック着色等の用途に使用されている顔料に比べ粒子径を小さくし、且つ耐熱性を向上させることにより、色相の鮮明性、冴え、透明性等に優れた性質を発揮することが出来、又、諸物性も満足することが出来、これを画像記録剤の着色剤として使用することにより優れた画像記録剤が得られることを見出し本発明を

堅牢性を含めた諸性能に優れた画像記録用着色組成物を提供することである。

#### 【0004】

【問題点を解決する為の手段】上記目的は以下の本発明によつて達成される。即ち、本発明は、色素及び樹脂を含む画像記録用着色組成物において、画像記録方式がインクジェット方式であり、色素が、下記の式(I)で表わされるもののうちのある特定の構造の黄色モノアゾ顔料を99.8～80モル%と、式(I)で表わされるが、上記のモノアゾ顔料とは異なる置換基を有する黄色モノアゾ顔料及び/又は下記の式(II)で表わされる黄色モノアゾ顔料の0.2～20モル%を顔料合成時に生成させ、混在させた顔料組成物で、更に必要に応じてロジン類或は公知の処理剤で処理した黄色モノアゾ顔料組成物であることを特徴とする画像記録用着色組成物である。

#### 【化3】

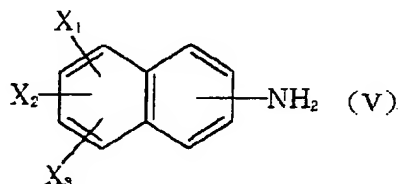
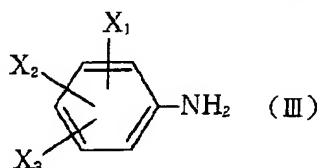
完成した。即ち、従来、アゾ顔料を塗料、プラスチック、合成繊維の着色等に使用しようとする場合には、色の隠蔽性や呈色性等を重視する為、アゾ顔料の平均粒子径を大きく調整してその変化率を小さくすることで耐熱性を上げているが、それでは画像記録剤用の着色剤としては色相の鮮明性、透明性及び冴えが欠けてしまう。画像記録剤は、フルカラーで使用されたり、オーバーヘッドプロジェクターに使用されたりしているので、色相の鮮明性、冴え、更には透明性を有していることが望まれている。

【0006】電子写真乾式現像剤等の製造に当たっては、凡そ100～150℃位の温度で加熱混練することが多く、その様な加熱条件で顔料の粒子が成長したり、結晶が変化したりすることで色調が変わったり、色がくすんだり、色濃度が低下したり、色が不透明になったりすることが多い。本発明においては、目的のアゾ顔料を合成するに当たり、それと色や物性は類似しているが、構造の異なるアゾ顔料化合物を同時に合成することで、生成した顔料粒子が混晶乃至は微結晶混合物或は局部的な無定形物の混在といった様な状態となって結晶成長抑

制の効果をもたらし、その結果、上記で述べた様な加熱条件下での耐熱性を向上させる様になったものと考えられる。従って、上記のアゾ顔料組成物を用いて得た画像記録剤により、色相の鮮明な、冴え、透明性を損なわない優れた画像が得られた。

【0007】

【好ましい実施態様】次に好ましい実施態様を挙げて本発明を更に詳細に説明する。本発明で使用する、主として本発明を特徴づける特定の黄色モノアゾ顔料組成物とは、その製造方法が、下記の式(III)で表わされるもののうちの特定の構造の芳香族アミノ化合物をジアゾ成分としてジアゾ化して、下記の式(IV)で表わされるもののうちの特定の構造のアセトアセトアミド化合物をカッ

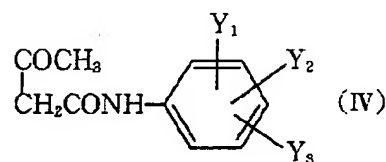


(但し、上記式中の $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$ 、 $Y_1$ 、 $Y_2$ 及び $Y_3$ は前記定義の通りである。)

【0008】上記のシアゾ化反応及びカップリング反応は常法に従って為される。上述の特定の黄色顔料について更に具体的に述べると、該顔料としては、ジアゾ成分としての構造式(III)のアミノ化合物は、その置換基が

プリング成分としてカップリングするに際して、ジアゾ成分及びカップリング成分の合計モル量の0.1～10モル%が、下記の式(III)で表わされるが、上記の特定の芳香族アミノ化合物とは異なる置換基を有する芳香族アミノ化合物、下記の一般式(V)で表される芳香族アミノ化合物及び下記の式(IV)で表わされるが、上記の特定のアセトアセトアミド化合物とは異なる置換基を有するアセトアセトアミド化合物から選ばれた化合物に置き換えて使用しており、又、必要に応じて生成した顔料組成物を更にロジン類或は公知の処理剤で処理することによって得られる。

【化4】



下記表1に示され、構造式(IV)のカップリング成分は、その置換基が下記表2に示される夫々の中間体化合物をカップリングさせて得たモノアゾ顔料が挙げられる。

【表1】

No.	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>
1	2-ニトロ	4-メチル	水素
2	2-メトキシ	4-ニトロ	水素
3	2-ニトロ	4-クロル	水素
4	2-トリフルオロメチル	水素	水素
5	2-ニトロ	4-スルホ	水素
6	2-スルホ	4-メチル	水素
7	2-クロル	3-アミノカルボニル	水素
8	2-メトキシ	4-フェニルアミノスルホニル	5-メトキシ
9	2-カルボキシル	水素	水素
10	イミノジカルボニル (-3,4)	---	水素

【0009】

【表2】

No.	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>
1	2-メチル	4-メチル	水素
2	2-メトキシ	水素	水素
3	2-メチル	4-クロル	水素
4	2-メトキシ	4-クロル	5-メトキシ
5	2-カルボキシル	水素	水素
6	イミノジカルボニル (-3,4)	---	水素
7	4-ブトキシカルボニル	水素	水素
8	4-アセチルアミド	水素	水素
9	ウレイン (-3,4)	---	水素

【0010】それらの代表的なモノアゾ顔料の例としては下記の如きものが挙げられる。

- ① 2-メトキシ-4-ニトロアニリンをジアゾ化してアセトアセト-2-メトキシアニライドとカップリングさせて得た黄色アゾ顔料
- ② 2-ニトロ-4-クロルアニリンをジアゾ化してアセトアセト-2-メチル-4-クロルアニライドとカップリングさせて得た黄色アゾ顔料
- ③ 2-ニトロ-4-クロルアニリンをジアゾ化してア

セトアセト-2-クロルアニライドとカップリングさせて得た黄色アゾ顔料

- ④ 4-アミノフタルイミドをジアゾ化してアセトアセト-2, 4-ジメチルアニライドとカップリングさせて得た黄色アゾ顔料

- ⑤ 2-トリフルオロメチルアニリンをジアゾ化してN-(2-オキソ-5-ベンゾイミダゾリニル)アセトアセトアミドとカップリングさせて得た黄色アゾ顔料等である。又、前記した如く上記の顔料のジアゾ成分の一部

を置き換えて使用される一般式(V)で表される芳香族アミノ化合物としては、例えば、2-アミノナフタレン-1-スルホン酸等が挙げられる。

【0011】本発明に使用される黄色アゾ顔料組成物の製造について、上記④の顔料であるC. I. ピグメントイエロー74を例に挙げて具体的に述べると、ジアゾ成分としては2-メトキシ-4-ニトロアニリンのほかの芳香族アミノ化合物を、カップリング成分としてはアセトアセト-2-メトキシアニライドのほかのアセトアセトアミド化合物をそれらの一方か双方を混合して使用する。好ましいアミノ化合物としては、例えば、2-ニトロ-4-メチルアニリン、2-メチル-5-ニトロアニリン、2-ニトロ-4-クロルアニリン、2-アミノ-5-メチルベンゼンスルホン酸、2-アミノナフタレン-1-スルホン酸等が挙げられる。好ましいアセトアセトアミド化合物としては、例えば、2-カルボキシアセトアセトアニライド、4-(アセトアセチルアミノ)フタルイミド、5-(アセトアセチルアミノ)ベンズイミダゾロン、4-(アセトアセチルアミノ)安息香酸ブチルエステル等が挙げられる。スルホン酸の場合は更にカップリング反応後にアルカリ土類金属塩やアミン塩等にもすることも出来る。ジアゾ成分及びカップリング成分の混合される比率は、該顔料の使用される条件が厳しい条件であるほど多く使用されて効果をもたらすものであるが、顔料としての性能の関係もあり、ジアゾ成分とカップリング成分の合計モル量の0.1~10モル%、好ましくは3~8モル%である。

【0012】カップリング反応後に生成物の結晶を整えたり、粒子の形状や粒子径を所望の範囲に整えたりする等の後処理は、必要に応じて通常の方法と同様に行なわれる。モノアゾ顔料を塗料或いはプラスチック、合成繊維の着色等の用途に使用する場合には一般に耐熱性を上げる為の、アゾ顔料の平均粒子径を大きくする、例えば、約0.4~1.0 $\mu\text{m}$ の大きさにするのが一般的である。しかし、これを画像記録剤の着色剤として、特に色相の鮮明性及び透明性、冴えが要求されるフルカラー記録剤の着色剤として使用する場合には、分散した時のモノアゾ顔料の平均粒子径は、0.2 $\mu\text{m}$ 以下、好ましくは0.15 $\mu\text{m}$ 以下になる様に調整することが好ましい。以上に示した特定の黄色モノアゾ顔料組成物は、画像記録剤用の着色剤として耐光性、耐熱性、耐薬品性、耐水性等の諸堅牢性に優れた性質を示した。

【0013】本発明において使用される樹脂は、固体の形の着色組成物にあっては、顔料の分散媒体であり、液体の形の着色組成物にあっては顔料の分散助剤として機能するものであり、又、実際に記録剤として使用されたときは顔料の固着剤として作用するものである。この様な目的で使用される樹脂としては、電子写真、静電印刷、静電記録等の乾式現像剤及び湿式現像剤、熱転写インクリボン及びフィルム、油性及び水性インクジェット

インク等の画像記録剤に通常使用されているいずれの樹脂であつてもよい。又、夫々の用途に合わせて、必要に応じて従来公知の添加剤、例えば、帯電制御剤、流動化剤等、或いは媒体として溶剤、水系媒体が使用される。又、本発明の画像記録用着色組成物には高濃度着色組成物も含まれる。その目的は、顔料を高濃度に含み、予め十分に練肉して分散させたり、調色を行なっておくことにより、後の工程を容易にする為のものであり、粗粒、粗粉、微粉、シート状、小塊状等の固体状、或はペースト状又は液状のいずれの形状にても使用される。

【0014】本発明で使用される黄色モノアゾ顔料組成物の、樹脂やその他の添加剤或は媒体を含む着色組成物における含有量は、その使用する目的によって異なる。黄色モノアゾ顔料組成物を高濃度に含有する固体状、ペースト状或いは液状の着色組成物では、その含有量はおよそ15重量%~60重量%、好ましくは20重量%~50重量%程度であり、電子写真現像剤等の着色剤として使用される場合には、およそ1重量%~10重量%、好ましくは2重量%~8重量%程度であり、熱転写インクリボン、フィルムの着色剤として使用される場合には、2重量%~20重量%、好ましくは4重量%~15重量%程度であり、使用する目的に応じて最も好ましい含有量で使用される。

#### 【0015】

【実施例】次に実施例を挙げて本発明を更に具体的に説明する。尚、文中部又は%とあるのは重量基準である。

#### 実施例1

2-メトキシ-4-ニトロアニリン182.7部と2-ニトロ-4-メチルアニリン5.1部とを、水1,300部及び35%塩酸290部の混合物中に加えて攪拌し、それから0℃に冷却し、亜硝酸ソーダ80部を加えてジアゾ化する。別に2-メトキシアセトアセトアニライド241.8部を水5,000部中に加え、水酸化ナトリウム48部と共に溶かし、次いで酢酸196部と水196部との混合液を添加することによって析出させてカップリング成分の懸濁液を得る。澄清になったジアゾ溶液をよく攪拌しながら、15℃において1時間30分~2時間以内に上記のカップリング成分の酢酸酸性懸濁液に流下し添加する。カップリングが終わった後に、ロジン45部を加え顔料処理を施し、得られた顔料組成物を篩過、水洗、乾燥、粉碎し、463部の黄色アゾ顔料組成物を得た。得られた顔料組成物を加熱混練して分散させたときの平均粒子径は、およそ0.15 $\mu\text{m}$ 以下であり、色相は鮮明な黄色を示した。

【0016】上記で得た黄色モノアゾ顔料組成物30部を、スチレン-メタクリル系共重合樹脂(軟化点約110℃、ガラス転移点約56℃、GPC法重量平均分子量約9万)70部と三本ロールにて充分混練し、顔料を分散させた。冷却後粗砕して、黄色顔料を30%の濃度で含有する高濃度着色組成物の粗粉を得た。次に、この様



にして得た黄色顔料を含む高濃度着色組成物14.7部及びクロム錯塩系負電制御剤3部を上記で使用したスチレン-メタクリル系共重合樹脂82.3部と常法に従って混練し、冷却後粗砕して後、ジェットミルで微粉碎し、更に分級して5〜30 $\mu$ mの黄色樹脂組成物の微粉末を得た。次に、常法に従い流動化剤としてコロイダルシリカを添加し、充分混合し、黄色電子写真乾式現像剤とした。これをキャリアの磁性鉄粉と混合し、負電荷フルカラー現像用電子写真複写機にて単色の複写をした結果、鮮明な黄色画像が得られた。画像は鮮明で冴えた黄色を呈し、耐光性等の諸物性に優れた堅牢性を示した。

【0017】又、オーバーヘッドプロジェクター用のポリエステルシートに複写すると透明な画像を呈し、オーバーヘッドプロジェクタースクリーンに鮮明な黄色の映像を示した。又、シアン顔料として銅フタロシアニンブルー顔料、マゼンタ顔料としてジメチルキナクリドン顔料、ブラック顔料としてカーボンブラック顔料を用いて上記と同様にして各々シアン色現像剤、マゼンタ色現像剤、ブラック色現像剤とし、上記で得たイエロー色現像剤と共に四色フルカラー複写を行ない、鮮明なフルカラー画像を得た。又、オーバーヘッドプロジェクターシートに複写し、スクリーンに鮮明なフルカラー映像を映すフルカラー画像を得た。

#### 【0018】実施例2

実施例1で述べた方法に従って、2-ニトロ-4-クロルアニリン86.3部をジアゾ化して、2-クロルアセトアセトアニライド1110部と2,4-ジメチルアセトアセトアニライド5.6部とをカップリング成分としてカップリングさせ、汙過、水洗、乾燥、粉碎し、197.0部の顔料組成物を得た。得られた顔料組成物を加熱混練して分散させたときの平均粒子径は、およそ0.15 $\mu$ m以下であり、色相は鮮明で冴えた黄色を示した。得られたモノアゾ顔料組成物を、実施例1で述べた方法に従って高濃度着色組成物を作り、更にそれを使用して電子写真用乾式現像剤を作成した。これをキャリアと混合し、フルカラー電子写真複写機にて単色及びフルカラーの複写をした結果、鮮明な画像が得られた。画像は鮮明で冴えた黄色及び四色フルカラー画像を示し、諸物性に優れた堅牢性を示した。

#### 【0019】実施例3

実施例1で述べた方法に従って、2-メトキシ-4-ニトロアニリン140.5部と2-アミノ-5-メチルベンゼンスルホン酸4.8部とをジアゾ化して、2-メトキシアセトアセトアニライド183.3部と2-カルボキシアセトアセトアニライド6.1部とをカップリング成分としてカップリングさせ、汉過、水洗、乾燥、粉碎し、332部の顔料組成物を得た。得られた顔料組成物を、加熱混練して分散させたときの平均粒子径は、およそ0.15 $\mu$ m以下であり、色相は鮮明な黄色を示した。得られたモノアゾ顔料組成物を実施例1で述べた方

法に従って使用して高濃度着色組成物を作り、更にそれを使用して電子写真用乾式現像剤を作成した。これをキャリアと混合し、フルカラー電子写真複写機にて単色及びフルカラーの複写をした結果、鮮明な画像が得られた。画像は鮮明で冴えた黄色及び四色フルカラー画像を示し、諸物性に優れた堅牢性を示した。

#### 【0020】実施例4

実施例1で述べた方法に従って、2-メトキシ-4-ニトロアニリン154.5部とp-トルイジン-m-スルホン酸15.0部とをジアゾ化して、2-メトキシアセトアセトアニライド217.0部をカップリング成分としてカップリングし、ロジン38部と塩化カルシウム13部を用いて顔料処理を施し、汉過、水洗、乾燥、粉碎し、424部の黄色顔料組成物を得た。得られた顔料組成物を加熱混練して分散させたときの平均粒子径は、およそ0.15 $\mu$ m以下であり、色相は鮮明な黄色を示した。上記で得た黄色顔料組成物10部を、エステルワックス41部、パラフィン系ワックス41部、スチレン-メタクリル系共重合樹脂5部及びシリカ3部をバインダーとして常法に従い、ポリエチレンフィルムに塗布し、黄色熱転写記録用インクフィルムとした。これをフルカラー熱転写複写機にて複写し、鮮明な黄色複写画像を得た。この画像は、耐光性等の諸物性に優れた堅牢性を示した。又、オーバーヘッドプロジェクター用のポリエステルシートに複写すると、透明な画像が得られ、スクリーンに鮮明な画像を示した。又、銅フタロシアニンブルー顔料、ジメチルキナクリドン顔料、カーボンブラック顔料を用いて上記と同様にして、各々、シアン色、マゼンタ色及びブラック色の熱転写インクフィルムとし、上記で得たイエロー熱転写インクフィルムと共に、四色フルカラー複写を行い、鮮明なフルカラー複写画像を得た。更に、オーバーヘッドプロジェクター用のポリエステルシートに複写し、スクリーンに透明なフルカラー映像を映すフルカラー画像を得た。

#### 【0021】実施例5

実施例1で述べた方法に従って、2-メトキシ-4-ニトロアニリン55.0部とp-トルイジン-m-スルホン酸3.2部とをジアゾ化して、2-メトキシアセトアセトアニライド74.4部をカップリング成分とカップリングさせ、汉過、水洗、乾燥、粉碎し、133.0部の黄色顔料組成物を得た。得られた顔料組成物を加熱混練して分散させたときの平均粒子径は、およそ0.15 $\mu$ m以下であり、色相は鮮明な黄色を示した。上記で得た黄色顔料組成物5部、スチレン-アクリレート-メタクリル酸ジエタノールアミン塩共重合体3部、エチレングリコール22部、グリセリン8部及び水62部の水性顔料分散液を作り、超遠心分離機で分散し得なかった顔料粗粒子を除去し、インクジェット用水性黄色インキを得た。ピエゾ振動子を有するオンデマンド型のインクジェットプリンターで、上記の黄色インキを用いて画像

情報をプリントし、鮮明な黄色画像を得た。又、銅フタロシアニンブルー顔料、ジメチルキナクリドン顔料及びカーボンブラック顔料を用いて、上記と同様にして、各々、シアン色、マゼンタ色及びブラック色のインクジェットインキとし、上記で得たイエロー色インクジェットインキと共に、四色フルカラープリントを行い、鮮明なフルカラー画像を得た。

#### 【0022】比較例

2-メトキシ-4-ニトロアニリン168.0部をジアゾ化して、2-メトキシアセアセトアニライド216.0部をカップリング成分としてカップリングさせ、濾過、水洗、乾燥、粉碎し、385部の顔料を得た。得られた顔料を加熱混練して分散させたときの平均粒子径はおよそ0.4~1.0 $\mu$ mを示し、粒子は粗大であり、色相は不鮮明で不透明な黄色となった。得られたアゾ顔料を実施例1で述べた方法に従って高濃度着色組成

物を作り、更にそれを使用して電子写真用乾式現像剤を作成した。これをキャリアと混合し、フルカラー電子写真複写機にて単色の複写をした結果、鮮明度の劣る不透明な黄色画像しか得られなかった。

#### 【0023】

【効果】本発明の画像記録用着色組成物は、その色素成分として特定の黄色モノアゾ顔料組成物を使用しているものであるが、この黄色モノアゾ顔料組成物が、高い着色力、鮮明性、冴え、透明性を有するものであり、耐光性、耐熱性、耐薬品性、耐水性等の諸堅牢性に優れている為、着色物の製造の工程においても安定に製造することが出来、又、画像記録用着色組成物として使用される際にも鮮明で冴えた、透明感の高い画像を安定して記録することが出来る。又、液体記録剤として使用するに際にも、長期間安定に記録することが出来るものである。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**